

PAT-NO: JP402206748A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02206748 A

TITLE: MEASURING INSTRUMENT FOR THERMAL
EXPANSION COEFFICIENT

PUBN-DATE: August 16, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

OKUDA, SHINICHI

HOJO, SAKAE

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

NEC CORP

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP01028005

APPL-DATE: February 6, 1989

INT-CL (IPC): G01N025/16

US-CL-CURRENT: 374/55

ABSTRACT:

PURPOSE: To measure the thermal expansion coefficient of a thin film

material with high accuracy by providing a heating/cooling mechanism for varying a temperature of a sample, a mechanism for measuring the deformation quantity of the sample, and a mechanism for measuring a temperature distribution of the sample.

CONSTITUTION: A sample to be measured 101 is heated by a heater 104 controlled by a temperature controller 103 in a vacuum container 102 which is allowed to form a vacuum by a vacuum pump 113. Deformation of the sample 101 is observed by an interferometer 107 being a deformation quantity measuring mechanism through a hot mirror 105 for allowing laser wavelength of the interferometer to transmit through and reflecting infrared wavelength of a radiation thermometer, and an optical window 106. A temperature distribution of the sample is measured by a temperature distribution measuring mechanism, namely, a radiation thermometer 109 through the mirror 105, and an optical window 108 for allowing infrared rays to transmit through, and after executing a temperature correction to deformation data of the sample by a computer 110, based on a value obtained through a thermocouple 111 and a voltmeter 112 and a value obtained by the radiation thermometer, a thermal expansion coefficient of a thin film is calculated.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平2-206748

⑤ Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)8月16日

G 01 N 25/16

C

8204-2G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 熱膨張率測定装置

⑯ 特 願 平1-28005

⑰ 出 願 平1(1989)2月6日

⑱ 発 明 者 奥 田 真 一 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内
⑱ 発 明 者 北 城 栄 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内
⑲ 出 願 人 日本電気株式会社 東京都港区芝5丁目7番1号
⑳ 代 理 人 弁理士 内 原 晋

明 細 書

発明の名称

熱膨張率測定装置

特許請求の範囲

試料の温度を変化させる加熱・冷却機構と、試料の変形量を測定する機構、および試料の温度分布を測定する機構とを少なくとも備えたことを特徴とする熱膨張率測定装置。

発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、基板上に形成された薄膜材料の熱膨張率を測定する装置に関するものである。

(従来の技術)

近年、半導体装置等に用いられる薄膜材料の物性が注目されており、盛んに研究開発が行われている。特に薄膜材料の熱膨張率は、半導体製造工程における加熱・冷却時の膜の挙動を知る上で重要

である。基板上に形成された薄膜材料の熱膨張率は、試料を加熱あるいは冷却した際に、基板と薄膜の熱膨張率差によって生じる試料の変形を観察することにより求められる。試料の変形量測定には様々な手法が考案されているが、X線回折を利用したもの(徳山ら, Jpn. J. Appl. Phys., 6(1967), 1252)、光の干渉を利用したもの(宮城ら, Jpn. J. Appl. Phys., 20(1981), 289)などが一般に広く用いられている。

第2図は従来の熱膨張率測定装置の断面図である。ここでは、試料の変形を干渉計によって求める方法(ニュートン環法)を用いている。温度コントローラ203により温度を制御されたヒータ204によって、測定試料201が加熱され、試料の温度は熱電対211と電圧計213により測定される。測定試料は、基板と薄膜の熱膨張率差により生じる熱応力によって変形する。試料の変形は光学窓206を通して、干渉計207により観測される。実際の測定は、加熱された試料201の表面の酸化等を防ぐため、真空容器202の

中で、真空ポンプ214でひいた状態で行われる。

第3図は加熱中の試料の変形の様子を示した断面図である。試料は基板201aとその上の薄膜201bとから成る。第3図(a)は薄膜の熱膨張率が基板よりも小さい場合、第3図(b)は薄膜の熱膨張率が基板より大きい場合の変形の様子を示す。

ある温度変化を与えたときの薄膜の応力変化 $\Delta\sigma$ は、試料の曲率半径の変化量 ΔR と次のような関係がある。

$$\Delta\sigma = \frac{E_s \cdot t_s^2}{6(1-\nu_s) t_f \cdot \Delta R}$$

薄膜の熱膨張率 α_f は応力変化 $\Delta\sigma$ によって次のように表される。

$$\alpha_f = \frac{(1-\nu_f) \cdot \Delta\sigma}{E_f \cdot \Delta T} + \alpha_s$$

なお、 α 、 E 、 ν 、 t はそれぞれ熱膨張率、ヤング率、ポアソン比、厚さを表す。(添字のfは薄膜材料を、sは基板材料を表す)。また、 ΔT

は温度差を表す。従って、干渉計等によって試料温度を変形させたときの曲率半径の変化量 ΔR を測定すれば、薄膜の熱膨張率 α_f を求めることができる。

(発明が解決しようとする課題)

上記のように、薄膜の熱膨張率を正確に求めるためには、試料の変形量を高精度に測定する必要がある。しかしその場合、測定試料にある程度の大きさが要求されることが多く、そのために測定試料全体を均一温度に保つことが非常に困難となってしまう。特に第2図のように、試料台内部のヒータから熱伝導によって試料を加熱する場合に、第3図のように試料が変形することによって、試料のごく一部のみが加熱されるようになるため、試料内部に温度の不均一が生じやすい。そうした場合、従来の方法では測定される熱膨張率の値に大きな誤差を生じてしまい、高精度な測定が困難であった。

実際に第2図のように試料台内部のヒータにより試料を加熱する方式で100℃で加熱した際の

試料(シリコン基板(厚さ100 μ m)上のSiO₂膜(厚さ1 μ m))の温度分布を調べたところ、10mm角の試料内には最大で約50℃の温度不均一が観察された。仮にこのとき試料内が均一温度として熱膨張率を求めると、実際の値より40%も小さな値が得られてしまうことになる。試料内の温度不均一の大小は、加熱の条件等により大きく異なると考えられるが、多くの場合、かなりの不均一が生じている。

そこで本発明は、上記のように薄膜材料の熱膨張率測定の際、試料内部に温度の不均一が生じるような場合にも正確な熱膨張率測定が行えるようにすることを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明の熱膨張率測定装置は、試料の温度を変化させる加熱・冷却機構と、試料の変形量を測定する機構、および試料の温度分布を測定する機構とを少なくとも備えてなることを特徴とするものである。

(作用)

試料を加熱・冷却して熱膨張率を求める場合、試料全体を均一に加熱冷却する必要があるが、実際には非常に困難である。そこで、加熱・冷却機構により試料の温度を変化させたときの試料の変形量測定と同時に試料の温度分布測定を行う。さらに、その温度分布データをもとに変形量の測定データに対し温度補正を行う。これにより、試料内に大きな温度不均一がある場合においても正確な熱膨張率測定が可能となる。

(実施例)

以下、本発明の実施例について添付図面を参照しながら説明する。

第1図は本発明の実施例の熱膨張率測定装置を示す断面図である。測定試料101は真空ポンプ113で真空にした真空容器102中において、加熱・冷却機構、すなわち、温度コントローラ103によって制御されるヒータ104により加熱される。試料の変形は、干渉計のレーザ波長を透過し、放射温度計の赤外線波長を反射するホットミラー105、光学窓106を通して変形量測

定機構である干渉計107により観測される。試料の温度分布はホットミラー105、赤外線透過する光学窓108を通して温度分布測定機構、すなわち、放射温度計109により測定され、熱電対111、電圧計112を介して得られた値と放射温度計により得られた値に基づいて計算機

110で試料の変形データに対し、温度補正を行った上で薄膜の熱膨張率を計算する。

なお、本発明においては試料の温度分布の補正が可能であることから、試料の加熱・冷却方式は第1図の実施例に示したヒータによる方式の他にも、赤外線ランプ加熱、マイクロ波加熱など、任意の方式を用いることがでいることは明白である。また、試料の変形量測定についても光切断法等、他の方式を用いても同様の効果が得られることは明かである。

温度分布の補正は通常行なわれる補正計算によればよいので具体的な説明は省略した。

〔発明の効果〕

以上説明したきたように、本発明の熱膨張率測

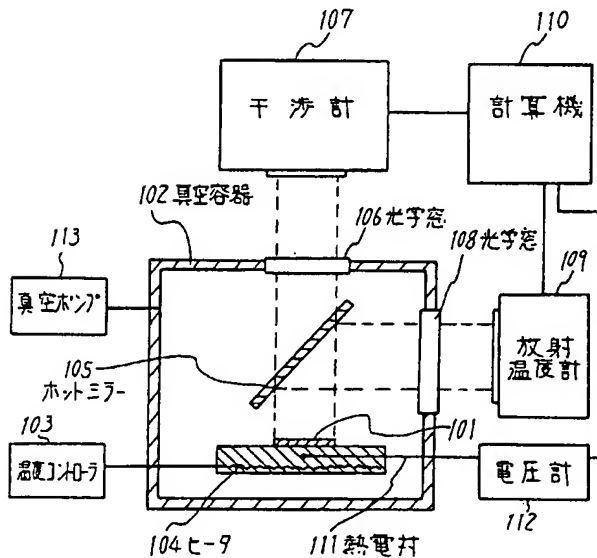
定装置によれば、薄膜材料の熱膨張率測定の際に生じる、試料温度の不均一を検知でき、更に温度補正を行うことによって、薄膜材料の熱膨張率を高精度に求めることが可能となり、その効果は絶大である。

図面の簡単な説明

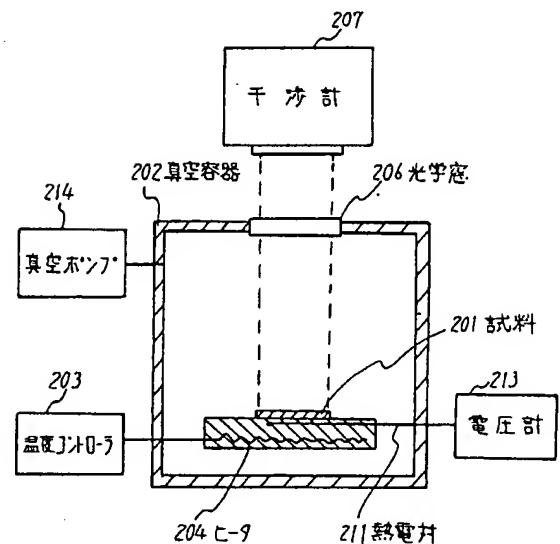
第1図は本発明の一実施例の熱膨張率測定装置を示す断面図、第2図は従来の熱膨張率測定装置の断面図、第3図は加熱中の測定試料の変形の様子を示した断面図である。

101…測定試料、102…真空容器、103…温度コントローラ、104…ヒータ、105…ホットミラー、106…光学窓、107…干渉計、108…光学窓、109…放射温度計、110…計算機、111…熱電対、112…電圧計、113…真空ポンプ。

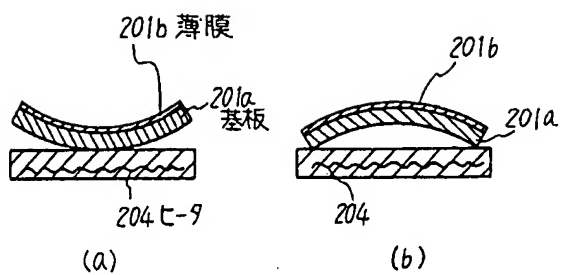
代理人 井理士 内 原 晋



第 1 図



第 2 図



第 3 図